PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number:

2002-241193

(43)Date of publication of application: 28.08.2002

(51)Int.CI.

C30B 29/04

GO2B 1/00

GO2B 1/11

G02B 5/02

(21)Application number: 2001-037284

(71)Applicant: SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing:

14.02.2001

(72)Inventor: YAMAMOTO YOSHIYUKI

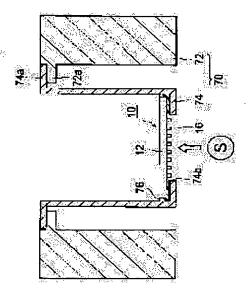
IMAI TAKAHIRO

(54) WINDOW MATERIAL, OPTICAL WINDOW AND METHOD FOR PRODUCING THE WINDOW **MATERIAL**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a window material and an optical window having improved light transmittance while maintaining excellent thermal conductivity and durability peculiar & to diamond, and to provide a method for producing the window material.

SOLUTION: In the light transmitting window material 10 having a plate-like substrate 12 made of diamond, a plurality of diamond projected parts 16 formed according to a prescribed rule are formed integrally with the substrate 12.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-241193 (P2002-241193A)

(43)公開日 平成14年8月28日(2002.8.28)

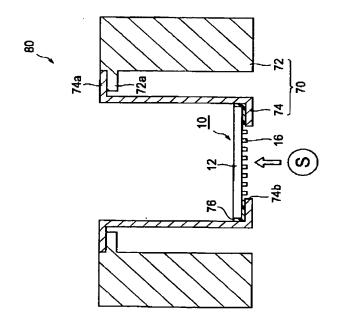
(51)Int.Cl.'		FΙ		テーマコード(参考)			
C30B 29/0	4	C30B 2	9/04	1	W 21	H 0 4 2	
G02B 1/0	0	G02B	1/00		2 1	K 0 0 9	
1/1	1	!	5/02	(C 4	G077	
5/0	2		1/10 A				
		審查請求	未請求	請求項の数17	OL	(全 11 頁)	
(21)出顧番号	特績2001 37284(P2001 37284)	(71)出願人	0000021	000002130			
	·		住友電気	瓦工業株式会社			
(22)出顧日	平成13年2月14日(2001.2.14)		大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号				
		(72)発明者	山本	学之			
			兵庫県位	尹丹市昆陽北一	厂目 1 番	1号 住友	
			電気工刻	業株式会社伊丹	以作所内	!	
		(72)発明者	今井 寸	責治			
			兵庫県代	尹丹市昆陽北一	丁目 1 番	1号 住友	
			電気工業	業株式会社伊丹 野	製作所内	l	
		(74)代理人	1000881	.55			
			弁理士	長谷川 芳樹	(外 4	名)	
				最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 窓材、光学用窓、および窓材の製造方法

(57)【要約】

【課題】 ダイヤモンドが持つ優れた熱伝導性および耐 久性を保持しつつ光透過率の向上が実現された窓材、光 学用窓、および窓材の製造方法を提供すること。

【解決手段】 ダイヤモンドからなる板状の基板12を 有し、光を透過させる窓材10において、所定の規則に 従って形成された複数のダイヤモンド突部16が基板1 2と一体的に形成されていることを特徴としている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ダイヤモンドからなる板状の基板を有し、光を透過させる窓材において、

所定の規則に従って形成された複数のダイヤモンド突部 が前記基板と一体的に形成されていることを特徴とする 窓材。

【請求項2】 前記複数のダイヤモンド突部は、前記基板の両面に形成されていることを特徴とする請求項1記載の窓材。

【請求項3】 前記所定の規則は、各ダイヤモンド突部 10 がマトリックス状に配されていることであることを特徴とする請求項1又は請求項2記載の窓材。

【請求項4】 前記ダイヤモンド突部の形状は、円柱 状、角柱状、円錐状、または角錐状であることを特徴と する請求項1~請求項3のうち何れか一項記載の窓材。

【請求項5】 隣り合う前記ダイヤモンド突部の間隔は、 $0.5 \mu m \sim 10 \mu m$ であることを特徴とする請求項 $1 \sim$ 請求項 4∞ のうち何れか一項記載の窓材。

【請求項6】 前記ダイヤモンド突部の高さは、0.5 μm~10μmであることを特徴とする請求項1~請求 20 項5のうち何れか一項記載の窓材。

【請求項7】 波長5μm~100μmの間に、帯域幅100nm以上の波長範囲で透過率が80%以上となる波長領域が存在することを特徴とする請求項1~請求項6のうち何れか一項記載の窓材。

【請求項8】 請求項1~請求項7のうち何れか一項記 載の窓材と、

光を通過させる開口部を有すると共に真空装置に取り付け可能な接合部材と、を備え、

前記窓材は、前記開口部を塞ぐように前記接合部材に取 30 り付けられていることを特徴とする光学用窓。

【請求項9】 ダイヤモンドからなり、光を透過させる 窓材の製造方法において、

ダイヤモンドからなる板状の基板と一体的に、所定の規 則に従って複数のダイヤモンド突部を形成して前記窓材 とすることを特徴とする窓材の製造方法。

【請求項10】 前記基板の表面の前記ダイヤモンド突 部を形成すべき部分にマスクを形成する工程と、

前記マスクが形成された前記基板の表面をエッチング し、前記マスクで**覆**われた部分に前記複数のダイヤモン 40 ド突部を形成する工程と、

を含むことを特徴とする請求項9記載の窓材の製造方法。

【請求項11】 前記ダイヤモンド突部を形成すべき部分を除いて前記基板の表面にマスクを形成する工程と、前記マスクが形成されていない前記基板上に気相合成法によってダイヤモンドを成長させ、前記複数のダイヤモンド突部を形成する工程と、

を含むことを特徴とする請求項9記載の窓材の製造方法。

【請求項12】 前記基板の表面の前記ダイヤモンド突部を形成すべき部分にマスクを形成する工程と、

前記マスクが形成された前記基板の表面をエッチング し、前記マスクで覆われた部分に隆起部を形成する工程 レ

前記マスクを除去する工程と、

前記隆起部を核として気相合成法によってダイヤモンド を成長させ、前記ダイヤモンド突部を形成する工程と、 を含むことを特徴とする請求項9記載の窓材の製造方 せ

【請求項13】 前記ダイヤモンド突部を形成すべき部分を除いて前記基板の表面にマスクを形成する工程と、前記マスクが形成されていない前記基板上に気相合成法によってダイヤモンドをエピタキシャル成長させ、複数の隆起部を形成する工程と、

前記マスクを除去する工程と、

前記隆起部を核として気相合成法によってダイヤモンド を成長させ、前記ダイヤモンド突部を形成する工程と、 を含むことを特徴とする請求項9記載の窓材の製造方 法。

【請求項14】 前記ダイヤモンド突部は、四角錐状、四角錐台状、または、頂部に稜線を有する四面体であることを特徴とする請求項12または請求項13記載の窓材の製造方法。

【請求項15】 前記エッチングは、反応性イオンエッチング法で行うことを特徴とする請求項10または請求項12記載の窓材の製造方法。

【請求項16】 前記複数のダイヤモンド突部を、前記 基板の両面に形成することを特徴とする請求項9~請求 項15のうち何れか一項記載の窓材の製造方法。

【請求項17】 前記所定の規則は、各ダイヤモンド突部がマトリックス状に配されていることであることを特徴とする請求項9~請求項16のうち何れか一項記載の窓材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、光学部品の中でも特に高い光透過率が要求される窓材、この窓材が適用される光学用窓、および窓材の製造方法に関するものである。

[0002]

【従来の技術】ダイヤモンドは、広い光波長範囲で物質特有の吸収帯が無く、熱伝導率およびヤング率が常温で物質中最大であること等の優れた特性を有している。このような特性から、例えば特開平9-33704号公報に開示されたようにダイヤモンドは超高真空装置の光透過用窓材として利用されている。これは、かかる窓材には、様々な波長の光に対して透明で高強度の光が透過した際に発生する熱を効率よく逃すことができる高い熱伝50 導性が要求されるためであり、上記特性を有するダイヤ

-2-

2

モンドが好適なのである。また、ダイヤモンドは、上記 のようにヤング率が高いことから、同一の開口径を持っ た光学用窓を製作する場合に窓材の厚さが薄くても強度 が高く、X線等の透過窓材としても非常に優れた特性を 発揮する。

【0003】ところが、ダイヤモンドをこのような用途 に適用する場合の問題の一つとして、その表面反射率の 高さが挙げられる。ダイヤモンドの屈折率は例えば波長 2~20μmでは約2.4程度であり、ダイヤモンド特 有の吸収がない波長領域でも、真空中或いは大気中にお ける理論透過率は表面反射の影響で71%と低くなって しまう。表面反射は、光学系の透過率を低下させ、また 像のコントラストを劣化させるため、反射防止を行う必 要が生じる。

【0004】そして、光学部品の反射防止のために広く 用いられているのが、反射防止膜である。素材の反射率 をn、薄膜の屈折率をn1、膜厚をdとすると、n1= $\int n$ 、膜厚 $d = \lambda / 4$ のとき、波長 λ の光に対してその 表面は無反射となる。反射防止膜は、この原理を応用し たものである。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記反 射防止膜を利用したダイヤモンド製の窓材には、次のよ うな問題があった。すなわち、一般的に上記のような反 射防止膜は耐久性に乏しいことから、耐久性の高いダイ ヤモンドを使用しても、窓材の光透過率を高い状態で保 持することが困難であった。また、反射防止膜は一般的 に高強度光の入射など厳しい条件下での使用に耐えられ ないことから、高い熱伝導性を有するダイヤモンドを折 角使用しても、窓材全体としては高強度光に耐えられな 30 いものとなってしまう。

【0006】本発明は、上記問題を解決するためになさ れたものであり、ダイヤモンドが持つ優れた熱伝導性お よび耐久性を保持しつつ光透過率の向上が実現された窓 材、光学用窓、および窓材の製造方法を提供することを 目的とする。

[0007]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため に、本発明は、ダイヤモンドからなる板状の基板を有 し、光を透過させる窓材において、所定の規則に従って 40 形成された複数のダイヤモンド突部が基板と一体的に形 成されていることを特徴とする。

【0008】このように、基板と一体的に複数のダイヤ モンド突部を所定の規則に従って形成した構造をとるこ とで、反射防止膜を表面に設けたときと同様に窓材の表 面の屈折率を所望の値に調整できることを見出した。断 面積が一定である突部(例えば円柱、角柱等)を所定の 規則に従い形成すると、突部層全体の見かけの屈折率が ダイヤモンドの屈折率と大気 (真空) の屈折率との中間 の値をとる。そこで、突部層の厚さや突部の配置を最適 50 された複数のダイヤモンド突部を形成することができ

化することで、所望の屈折率を有する突部層を得ること ができることを見出した。さらに、円錐や角錘等の断面 積が厚さ方向に変化する突部を形成すると、突部層全体 の見かけの屈折率は、ダイヤモンドの屈折率から大気

(真空) の屈折率へ連続的に変化させることも可能であ ることを見出した。さらに、各ダイヤモンド突部の高さ および間隔を調整することで、光透過率を所望の値に設 定することができる。これにより、本発明の窓材は、反 射防止膜を散けること無く、ダイヤモンドが持つ優れた 熱伝導性および耐久性を保持しつつ光透過率の高いもの となっている。

【0009】具体的には、本発明の窓材では、波長5μ m~100μmの間に、帯域幅100nm以上の波長範囲 で透過率が80%以上となる波長領域が存在することが 実験により判明した。

【0010】また、複数のダイヤモンド突部は、基板の 両面に形成されていることが好ましい。基板の両面にダ イヤモンド突部を形成することで、ダイヤモンドが持つ 優れた熱伝導性および耐久性を損なうこと無く、光透過 20 率をさらに向上させることができる。

【0011】また、上記の所定の規則は、各ダイヤモン ド突部がマトリックス状に配されていることであること が好ましい。このようにマトリックス状にダイヤモンド 突部を配することで、光透過率が高まることが本発明者 らによって見出された。また、ダイヤモンド突部の形状 は、円柱状、角柱状、円錐状、または角錐状であること が好ましい。

【0012】また、隣り合うダイヤモンド突部の間隔 は、 $0.5\mu m \sim 10\mu m$ であることが好ましい。ま た、ダイヤモンド突部の高さは、0.5μm~10μm であることが好ましい。

【0013】また、上記目的を達成するために、本発明 の光学用窓は、上記の窓材と、光を通過させる開口部を 有すると共に真空装置に取り付け可能な接合部材と、を 備え、窓材は、開口部を塞ぐように接合部材に取り付け られていることを特徴とする。

【0014】本発明の光学用窓には、上記本発明の窓材 が適用されるため、反射防止膜を設けること無く、ダイ ヤモンドが持つ優れた熱伝導性および耐久性を保持しつ つ、真空装置からの光を高い透過率で透過させることが できる。従って、本発明の光学用窓を用いれば、高精度 の光学測定を行うことができる。

【0015】また、上記目的を達成するために、本発明 の窓材の製造方法は、ダイヤモンドからなり、光を透過 させる窓材の製造方法において、ダイヤモンドからなる 板状の基板と一体的に、所定の規則に従って複数のダイ ヤモンド突部を形成して窓材とすることを特徴とする。

【0016】本発明の窓材の製造方法によれば、ダイヤ モンドからなる基板と一体的に、所定の規則に従って配

る。そして、反射防止膜を表面に設けたときと同様に窓 材の表面の屈折率を所望の値に調整できることを見出し た。断面積が一定である突部(例えば円柱、角柱等)を 所定の規則に従い形成すると、突部層全体の見かけの屈 折率がダイヤモンドの屈折率と大気(真空)の屈折率と の中間の値をとる。そこで、突部層の厚さや突部の配置 を最適化することで、所望の屈折率を有する突部層を得 ることができることを見出した。さらに、円錐や角錘等 の断面積が厚さ方向に変化する突部を形成すると、突部 層全体の見かけの屈折率は、ダイヤモンドの屈折率から 大気(真空)の屈折率へ連続的に変化させることも可能 である。さらに、ダイヤモンド突部の高さおよび頭頂部 の間隔を調整することで、光透過率を所望の値に設定す ることができる。これにより、得られた窓材は、反射防 止膜を設けること無く、ダイヤモンドが持つ優れた熱伝 導性および耐久性を保持しつつ光透過率の高いものとな っている。

【0017】また、本発明の窓材の製造方法において、 基板の表面のダイヤモンド突部を形成すべき部分にマス クを形成する工程と、マスクが形成された基板の表面を エッチングし、マスクで覆われた部分に複数のダイヤモ ンド突部を形成する工程と、を含んでもよい。

【0018】また、本発明の窓材の製造方法において、 ダイヤモンド突部を形成すべき部分を除いて基板の表面 にマスクを形成する工程と、マスクが形成されていない 基板上に気相合成法によってダイヤモンドを成長させ、 複数のダイヤモンド突部を形成する工程と、を含んでも よい

【0019】また、本発明の窓材の製造方法において、 基板の表面のダイヤモンド突部を形成すべき部分にマス 30 クを形成する工程と、マスクが形成された基板の表面を エッチングし、マスクで覆われた部分に隆起部を形成する工程と、マスクを除去する工程と、隆起部を核として 気相合成法によってダイヤモンドを成長させ、ダイヤモンド突部を形成する工程と、を含むことが好ましい。このように、一旦エッチングで隆起部を形成し、この隆起部を核としてダイヤモンドを気相合成法によって成長させることで、ダイヤモンド突部を所望の形に制御し易くなる。

【0020】また、本発明の窓材の製造方法において、ダイヤモンド突部を形成すべき部分を除いて基板の表面にマスクを形成する工程と、マスクが形成されていない基板上に気相合成法によってダイヤモンドをエピタキシャル成長させ、複数の隆起部を形成する工程と、マスクを除去する工程と、隆起部を核として気相合成法によってダイヤモンドを成長させ、ダイヤモンド突部を形成する工程と、を含むことを特徴としてダイヤモンド突部を形成すな工程を経る場合も、隆起部を核としてダイヤモンド突部を形成することで、ダイヤモンド突部を所望の形に制御し易くなる。

【0021】また、上記のように隆起部を核としてダイヤモンド突部を形成する場合は、その形状を制御し易いが、特に、ダイヤモンド突部は、四角錐状、四角錐台状、または、頂部に稜線を有する四面体であることが好ましい。ダイヤモンド突部をこのような形状にすることで、窓材の光透過率をより確実に向上させることができる。

【0022】また、上記のエッチングは、反応性イオンエッチング法で行うことが好ましい。反応性イオンエッチング法を利用することで、高精度でダイヤモンド突部を所望の形状にすることができる。

【0023】また、本発明の窓材の製造方法において、 複数のダイヤモンド突部を、基板の両面に形成すること が好ましい。このように、基板の両面にダイヤモンド突 部を形成することで、ダイヤモンドが持つ優れた熱伝導 性および耐久性を損なうこと無く、光透過率をさらに向 上させることができる。

【0024】さらに、本発明の窓材の製造方法において、上記所定の規則は、各ダイヤモンド突部がマトリックス状に配されていることであることが好ましい。このようにマトリックス状にダイヤモンド突部を配することで、光透過率を著しく向上させることができる。

[0025]

【発明の実施の形態】以下、添付図面を参照して、本発明に係る窓材、光学用窓、および窓材の製造方法の好適な実施形態について詳細に説明する。尚、同一要素には同一符号を用いるものとし、重複する説明は省略する。

【0026】 [第1実施形態] 図1は、本実施形態の窓材10を適用した光学用窓80を示す断面図である。光学用窓80は、高真空下で真空紫外から赤外領域まで、或いは更に広い波長領域における光学測定を行う場合等に使用される真空装置に取り付けられるものであり、真空領域Sからの光を透過させるダイヤモンド製の窓材10と、真空装置(図示省略)に取り付けられるとともにAgC1等の接合材76で窓材10が接合される接合部材70と、を備えている。

【0027】接合部材70は、真空装置と直接連結される外枠72と、窓材10が接合される内枠74とから構成されており、外枠72と内枠74とはフランジ72a,74aを係合させることで連結されている。また、接合部材70の内枠74には、真空領域Sからの光を通過させるための円形の開口部74bが形成されており、この開口部74bを塞ぐように窓材10が取り付けられている。

【0028】図2は、図1の光学用窓80に適用した窓材10を示す斜視図である。窓材10は、単結晶ダイヤモンドからなる板状の基板12と、この基板12と一体的に形成された複数のダイヤモンド突部16とから構成されている。各ダイヤモンド突部16は円柱状とされ、50 基板12上でマトリックス状に規則的に整列して配され

ている。また、図1に示すように、窓材10は、ダイヤモンド突部16が真空領域と対向するように内枠74に接合されている。また、隣り合うダイヤモンド突部16の各間隔Dおよび各ダイヤモンド突部16の高さHは、一つの窓材10において各々等しい或いはバラツキが20%以下であることが好ましい。すなわち、窓材10中の全ての突部間隔および高さが、中心値±10%以内に入ることが好ましい。さらに、間隔Dの中心値は0.5μm~10μmの範囲で、ダイヤモンド突部16の高さHの中心値は0.5μm~10μmの範囲にすることが 10 好ましい。

【0029】次に、図3(a)〜図3(d)の工程図を参照して、窓材10の製造方法を説明する。まず、図3(a)に示すような、表面が {001}面のIb型の単結晶ダイヤモンドからなる基板12を用意する。次に、図3(b)の工程で、基板12上にレジスト層22を形成し、この上に2次元状に円形の遮光板23aが形成されたフォトマスク23を配置する。そして、フォトリソグラフィ技術によって、レジスト層22に、フォトマスク23の遮光板23aに対応する位置にマトリックス状 20のパターンを形成する。

【0030】その後、図3(c)に示す工程で、エッチング技術によってレジスト層22の上記パターンに対応したマスク24を形成する。さらに、図3(d)に示す工程で、基板12に反応性イオンエッチング(Reactive Ion Etching: RIE)を施す。これにより、基板12と一体的に単結晶ダイヤモンドからなる複数本の円柱状のダイヤモンド突部16が形成され、窓材10が得られる。

【0031】また、ダイヤモンド突部16を形成するのに反応性イオンエッチングを用いたのは、隆起状の柱状体を所望の形状に容易に形成できるだけでなく、ダイヤモンド突部16が形成された部分以外を平滑にエッチングすることができるためである。尚、反応性イオンエッチングで用いられる反応ガスは、O2のみ、又は、CF4及びO2を含む混合ガスとすることが好適である。また、混合ガスを用いる場合の体積比は、エッチング速度と得られるエッチング表面の平滑度を考慮して決定されるが、O2の体積分率に対するCF4の体積分率の比を0.5以下とすることが好ましい。

【0032】また、ダイヤモンド突部16を形成するにあたっては、反応性イオンエッチング以外の手法を用いてもよく、例えば、イオンビームエッチング、ECR(電子サイクロトロン共鳴:Electron Cyclotron Resonance)エッチング、ICP(誘導結合プラズマ:Inductive Coupled Plasma)によるエッチング等を用いることができる。

リックス状に形成した構造とすることで、反射防止膜を形成した場合と擬似的に窓材10の表面の屈折率が変化することが本発明者らによって見出された。そして、ダイヤモンド突部の高さHおよび頭頂部の間隔Dを調整することで、光透過率を所望の値に設定することができる。これにより、本実施形態の窓材10は、反射防止膜を設けること無く、ダイヤモンドが持つ優れた熱伝導性および耐久性を保持しつつ光透過率の高いものとなっている。従って、光学用窓80によれば、高精度の光学測定を行うことができる。具体的には、本実施形態の窓材10では、波長5μm~100μmの間に、帯域幅100nm以上の波長範囲で透過率が80%以上となる波長領域が存在することが実験により判明した。

【0034】尚、本実施形態では、単結晶ダイヤモンドからなる基板12を使用しているが、ヘテロエピタキシャルダイヤ基板や高配向膜基板を使用してもよい。また、基板12は、その主面の面方位が(100)である基板、(110)である基板、(111)である基板等のいずれを用いてもよい。

【0035】次に、図4を参照して、本実施形態の変形例を説明する。図4(a)に示す変形例では、ダイヤモンド突部16が円柱状ではなく四角柱状となっている。また、図4(b)に示す変形例では、ダイヤモンド突部16は所定の方向に延びた延板形状となっている。この場合は、ダイヤモンド突部16はマトリックス状ではなく一列に配列されている。ダイヤモンド突部16をこのような形状にした場合においても、窓材10の光透過率を向上させることができる。

【0036】[第2実施形態] 図5を参照して、本発明の第2実施形態を説明する。同図は、本実施形態の光学用窓80を示す断面図である。本実施形態が第1実施形態と異なるのは、窓材10の構造にある。すなわち、第1実施形態では基板12の一つの面にのみダイヤモンド突部16が形成されていたのに対し、本実施形態では基板12の両面にダイヤモンド突部16が形成されている。このような構成とすることで、波長5μm~100μmの間に、帯域幅100nm以上の波長範囲で透過率がほぼ100%になる波長領域が存在することが実験により判明した。

【0037】[第3実施形態]次に、図6を参照して、本発明の第3実施形態を説明する。本実施形態が第1実施形態と異なるのは、ダイヤモンド突部16の形成方法である。まず、図6(a)に示す工程で、ダイヤモンド突部を形成すべき部分を除いて基板12の表面にマスク24を形成する。マスク24の窓は、マトリックス状に形成されている。そして、図6(b)に示す工程で、マイクロ波プラズマCVD法を用いたダイヤモンド合成技術により、マスク24の窓からダイヤモンドを成長させて、複数の円柱状のダイヤモンド突部16を基板12と一体的に形成する。マイクロ波プラズマCVD法は、公

40

知のマイクロ波装置を用いることで実現することができる。ダイヤモンド突部16を形成した後、図6(c)に示す工程でマスク24を除去し、本実施形態の窓材10が完成する。

【0038】以上のようにして得られた窓材10は、ダイヤモンド突部16が基板上にマトリックス状に配されているため、第1実施形態と同様に、反射防止膜を設けること無く、ダイヤモンドが持つ優れた熱伝導性および耐久性を保持しつつ光透過率の高いものとなっている。

【0039】尚、ダイヤモンド突部16をマスクの窓か 10 ら成長させるための気相合成法は、マイクロ波プラズマ CVD法に限られず、熱フィラメントCVD法、ECR プラズマCVD法、燃焼炎法などの様々な手法を利用することができる。但し、この中でもマイクロ波プラズマ CVD法を用いれば、比較的容易に大型且つ高品質のダイヤモンド突部を形成することができる。

【0040】 [第4実施形態] 次に、図7を参照して、本発明の第4実施形態を説明する。本実施形態が第1実施形態と異なるのは、ダイヤモンド突部16の形成方法である。まず、図7(a)に示す工程で、基板12のダイヤモンド突部を形成すべき部分に、円形のマスク24をマトリックス状に形成する。基板12は、表面の面指数が{100}の単結晶ダイヤモンドである。次に、図7(b)に示す工程で、基板12の表面をエッチングし、マスク24で覆われた部分に円柱状の隆起部14を形成する。ここで、反応性イオンエッチングを用いることで、隆起部14が形成された部分以外を平滑にエッチングすることができる。

【0041】隆起部14を形成した後、図7(c)に示す工程でマスクを除去する。次いで、図7(d)に示す工程で、マイクロ波プラズマCVDなどの気相合成法により隆起部14を核としてダイヤモンドを成長させ、ダイヤモンド突部16を形成する。本実施形態では、ダイヤモンド突部16を形成する。本実施形態では、ダイヤモンド突部16は{111}面で囲まれた四角錐形状とされている。このように、ダイヤモンド突部16が円柱や角柱等である場合よりも、窓材10の光透過率を向上できることが実験により判明した。そして、本実施形態のように、一旦エッチングで隆起部14を形成し、この隆起部14を核としてダイヤモンドを気相合成法によって成長させることで、ダイヤモンド突部16を四角錐などの所望の形に制御し易くなる。

【0042】また、ダイヤモンド突部16を四角錐形状等の様々な形状にするためには、基板12の表面の面指数に応じて成長条件を適切に設定して、<111>方向の成長速度に対する<100>方向の成長速度の比を変えることが行われる。例えば、ダイヤモンド突部16を四角錐形状にする場合、本実施形態のように基板12の表面が{100}面の場合は、上記の成長速度の比を√3以上にすることが好ましい。基板12の表面が{1150

0 》面の場合は、成長速度の比を(\int 3) \int 2 とすることが好ましい。また、基板 1 2 の表面が $\{111\}$ 面の場合は、成長速度の比を $1/(\int$ 3)以下にすることが好ましい。このような成長速度でダイヤモンド突部 1 6 を成長させる根拠は、ダイヤモンドの結晶構造が立方晶系に属し、 $\{100\}$ 面の面間隔に対する $\{111\}$ 面の面間隔の比が \int 3 であることに基づいている。

【0043】尚、本実施形態においても、第2実施形態と同様にダイヤモンド突部16を基板12の両面に形成することで、光透過率の向上を図ることができる。

【0044】 [第5実施形態] 次に、図8を参照して、本発明の第5実施形態を説明する。まず、図8(a)に示す工程で、ダイヤモンド突部を形成すべき部分を除いて基板12の表面にマスク24を形成する。マスク24の窓は、マトリックス状に形成されている。そして、図8(b)に示す工程で、マイクロ波プラズマCVD法を用いたダイヤモンド合成技術により、マスク24の窓からダイヤモンドをエピタキシャル成長させて、複数の円柱状の隆起部14を基板12と一体的に形成する。隆起部14を形成した後、図8(c)に示す工程でマスク24を除去する。

【0045】次いで、図8(d)に示す工程で、マイクロ波プラズマCVDなどの気相合成法により隆起部14を核としてダイヤモンドをエピタキシャル成長させ、ダイヤモンド突部16を形成する。本実施形態では、第4実施形態と同様にダイヤモンド突部16は四角錐形状とされている。このため、窓材10の光透過率は高いものとなっている。

【0046】また、本実施形態のように、一旦ダイヤモンド合成技術で隆起部14を形成し、この隆起部14を核として更にダイヤモンドを気相合成法によって成長させることで、ダイヤモンド突部16を四角錐などの所望の形に制御し易くなる。

【0047】尚、本実施形態においても、第2実施形態と同様にダイヤモンド突部16を基板12の両面に形成することで、光透過率の向上を図ることができる。

【0048】次に、図9を参照して、第4実施形態および第5実施形態の変形例を説明する。各変形例は、ダイヤモンド突部16の形状に特徴がある。図9(a)の変形例では、ダイヤモンド突部16は円錐状とされ、図9(b)の変形例では、ダイヤモンド突部16は四角錐台状とされ、図9(c)の変形例では、ダイヤモンド突部16は頭頂部に稜線を有する四面体とされている。ダイヤモンド突部16をこのような形状にした場合も、四角錐形状にした場合と同様に、窓材10の光透過率を高くすることができる。

[0049]

【実施例】次に、実施例に基づいて本発明をより具体的 に説明する。

【0050】(実施例1)本実施例では、図3で説明し

11

た方法によって窓材を作製した。まず、Si基板に気相合成法でダイヤモンドを成長させ、表面を機械研磨した後、Siを溶解除去して多結晶ダイヤモンドの基板を得た。基板は、厚さ 350μ m、直径15mmで、表面粗さは $Ra=0.05\mu$ mであった。また、波長 10.6μ mにおける透過率をFTIRにより測定したところ、 $69\pm1\%$ であった。

【0051】そして、この基板の片面に、図3(c)に示すマスクをフォトリソグラフィー法で形成した後、図3(d)に示すように反応性イオンエッチング法で基板と一体的に複数のダイヤモンド突部をマトリックス状に形成した。マスクはA1を用い、エッチングの反応性ガスとして、流量比でCF4:O2=20:80のガスを用いた。

【0052】次いで、マスクを溶解除去し、窓材を完成させた。窓材の任意の箇所でダイヤモンド突部の間隔Dおよび高さHを測定したところ、間隔Dは 4μ m ± 0 . 3μ m、高さHは3. 6μ m ± 0 . 2μ mであった。

【0053】そして、波長10.6μmにおける窓材の 光透過率をFTIRにより測定したところ、82%に達 20 していることが判明した。

【0054】さらに、同様の方法で窓材の裏面にもダイヤモンド突部を形成したところ、波長10.6 μmにおける窓材の光透過率は、94%にまで向上した。

【0055】 (実施例2) 本実施例では、図6で説明した方法によって窓材を作製した。実施例1と同様に、厚さ350μm、直径15mmの多結晶ダイヤモンドの基板を用意した。この基板に図6(a)に示すマスクを形成した後、図6(b)に示すようにマイクロ波プラズマCVD法でダイヤモンド突部を高さ4μmまでエピタキシャル成長させた。成長条件は、メタンー水素系でメタン機度2.2%とし、基板温度900℃、チャンバ圧力1.533×10⁴Paとした。

【0056】マスクを溶解除去して窓材を完成させ、窓材の任意の箇所でダイヤモンド突部の間隔Dおよび高さHを測定したところ、間隔Dは 4μ m±0.5 μ m、高さHは 4μ m±0.5 μ mであった。

【0057】そして、波長10.6μmにおける窓材の 光透過率をFTIRにより測定したところ、81%に達 していることが判明した。

【0058】(実施例3)本実施例では、実施例1と基板のみを変えて窓材を作製した。基板は、I b型の高圧合成単結晶ダイヤモンドで形成し、表面を(100)面とし、直径3mm、厚さ0.4mmとした。そして、実施例1と同様に、マスク形成およびエッチング処理を経ることで、窓材を完成させた。得られた窓材の波長10.6 μ mにおける透過率をFTIRにより測定したところ、83%に達していることが判明した。

【0059】(実施例4)本実施例では、実施例2と基を形成し、マイクロ波プラズマCVD法によってダイヤ板のみを変えて窓材を作製した。基板は、Ib型の高圧 50 モンドの隆起部をエピタキシャル成長させた。次いで、

合成単結晶ダイヤモンドで形成し、表面を(100)面とし、直径3mm、厚さ0.4mmとした。そして、実施例2と同様に、マスク形成およびエピタキシャル成長を行うことで、窓材を完成させた。得られた窓材の波長

を行うことで、窓材を完成させた。得られた窓材の波長 10.6μmにおける透過率をFTIRにより測定した ところ、82%に達していることが判明した。

【0060】(実施例5)本実施例では、図7で説明した方法によって窓材を作製した。基板は、厚さ0.4mm、直径3mmのIb型の高圧合成単結晶ダイヤモンドとし、表面を(100)面とした。基板にマスクを形成し、エッチング処理によって隆起部を形成し、マスクを溶解除去した後、マイクロ波プラズマCVD法によって隆起部を核としてダイヤモンドのホモエピタキシャル成長を行った。成長条件は、メタンー水素系でメタン濃度8%とし、基板温度930~980℃、チャンバ圧力2×10⁴Paとし、成長時間を2時間とした。この結果得られたダイヤモンド突部は、(111)面で囲まれた四角錐形状となった。

【0061】そして、波長10.6μmにおける窓材の 9 光透過率をFTIRにより測定したところ、87%に達 していることが判明した。

【0062】さらに、同様の方法で窓材の裏面にもダイヤモンド突部を形成したところ、波長 10.6μ mにおける窓材の光透過率は98%にまで達し、波長 $10~12\mu$ m帯全体にわたって光透過率80%以上となった。

【0063】(実施例6)本実施例では、実施例5と同様に図7で説明した方法によって窓材を作製した。基板は、厚さ0.2mm、直径2.5mmのIb型の高圧合成単結晶ダイヤモンドとし、表面を(110)面とした。基板にマスクを形成し、エッチング処理によって隆起部を形成し、マスクを溶解除去した後、マイクロ波プラズマCVD法によって隆起部を核としてダイヤモンドのホモエピタキシャル成長を行った。成長条件は、メタンー水素系でメタン濃度0.1%とし、基板温度1020℃、チャンバ圧力2×10⁴Paとし、成長時間を1時間とした。この結果得られたダイヤモンド突部は、

(111) 面と(100) 面で囲まれた四角錐形状となった。

【0064】そして、波長10.6μmにおける窓材の 40 光透過率をFTIRにより測定したところ、86%に達 していることが判明した。

【0065】さらに、同様の方法で窓材の裏面にもダイヤモンド突部を形成したところ、波長10.6 μmにおける窓材の光透過率は、96%にまで向上した。

【0066】(実施例7)本実施例では、図8で説明した方法によって窓材を作製した。基板は、厚さ0.4mm、直径3mmのIb型の高圧合成単結晶ダイヤモンドとし、表面を(100)面とした。まず、基板にマスクを形成し、マイクロ波プラズマCVD法によってダイヤモンドの降起部をエピタキシャル成長させた。次いで

る。

13

マスクを溶解除去した後、マイクロ波プラズマCVD法によって隆起部を核としてダイヤモンドのホモエピタキシャル成長を行った。成長条件は、メタンー水素系でメタン濃度8%とし、基板温度930~980℃、チャンバ圧力2×10⁴Paとし、成長時間を2時間とした。この結果得られたダイヤモンド突部は、(111)面で囲まれた四角錐形状となった。

【0067】そして、波長10.6μmにおける窓材の 光透過率をFTIRにより測定したところ、86%に達 していることが判明した。

【0068】さらに、同様の方法で窓材の裏面にもダイヤモンド突部を形成したところ、波長10.6 μmにおける窓材の光透過率は、96%にまで向上した。

【0069】(実施例8)本実施例では、実施例5でのホモエピタキシャル成長において、成長時間を1時間とした。その結果、得られた窓材のダイヤモンド突部は、図9(b)に示すように(111)の4つの斜面と(100)面の頭頂部を有する四角錐台形状となった。波長10.6μmにおける窓材の光透過率をFTIRにより測定したところ、85%に達していることが判明した。【0070】(実施例9)本実施例では、実施例5でのホモエピタキシャル成長において、成長時間を40分とした。その結果、得られた窓材のダイヤモンド突部は、図9(c)に示すように、頭頂部に稜線を有する四面体構造となった。波長10.6μmにおける窓材の光透過率をFTIRにより測定したところ、84%に達していることが判明した。

【0071】以上、本発明者らによってなされた発明を 実施形態および実施例に基づき具体的に説明したが、本 発明は上記各実施形態および実施例に限定されるもので 30 はない。

[0072]

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、 基板と一体的に複数のダイヤモンド突部を所定の規則に 従って形成した構造とされているため、反射防止膜を表 面に設けたときと同様に窓材の表面の屈折率を所望の値 に調整することができる。断面積が一定である突部を所 定の規則に従い形成すると、突部層全体の見かけの屈折率がダイヤモンドの屈折率と大気(真空)の屈折率との中間の値をとる。そこで、突部層の厚さや突部の配置を最適化することで、所望の屈折率を有する突部層を得ることができることを見出した。さらに、円錐や角錘等の断面積が厚さ方向に変化する突部を形成することで、突部層全体の見かけの屈折率は、ダイヤモンドの屈折率から大気(真空)の屈折率へ連続的に変化させることができる。さらに、各ダイヤモンド突部の高さおよび間隔を調整することで、光透過率を所望の値に設定することができる。これにより、本発明の窓材は、反射防止膜を設けること無く、ダイヤモンドが持つ優れた熱伝導性おび耐久性を保持しつつ光透過率の高いものとなってい

【図面の簡単な説明】

【図1】第1実施形態の窓材が用いられた光学用窓を示す断面図である。

【図2】第1実施形態の窓材を示す斜視図である。

【図3】第1実施形態の窓材の製造方法を示す工程図で 20 ある。

【図4】図4(a)および図4(b)は、第1実施形態の窓材の変形例を示す図である。

【図5】第2実施形態の窓材が用いられた光学用窓を示す断面図である。

【図6】第3実施形態の窓材の製造方法を示す工程図で ある

【図7】第4実施形態の窓材の製造方法を示す工程図で ある

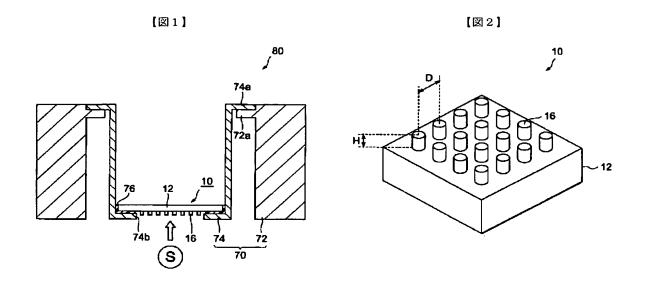
【図8】第5実施形態の窓材の製造方法を示す工程図である。

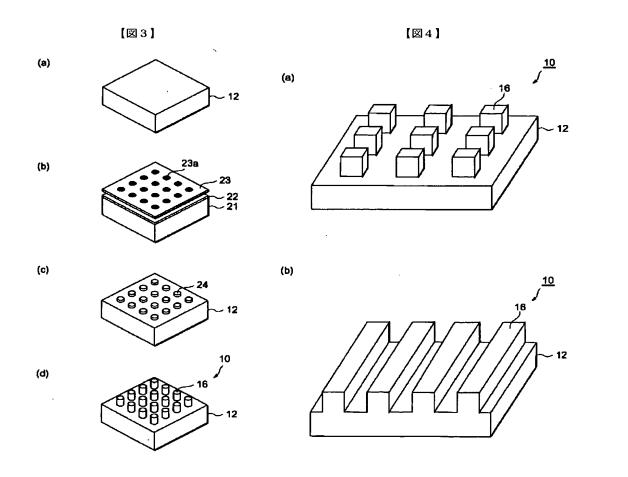
【図9】図9 (a) ~図9 (c) は、第4実施形態および第5実施形態の窓材の変形例を示す図である。

【符号の説明】

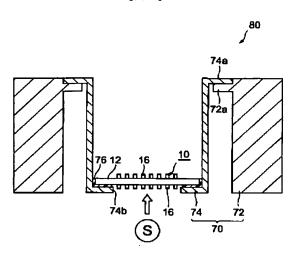
10…窓材、12…基板、14…隆起部、16…ダイヤモンド突部、24…マスク、70…接合部材、72…外枠、74b…開口部、74…内枠、76…接合材、80…光学用窓。

-8-

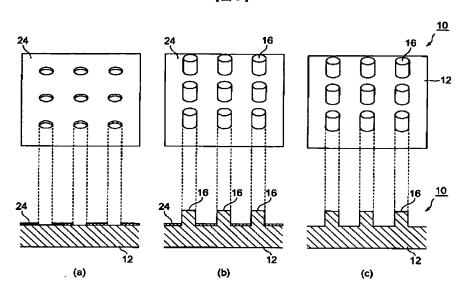


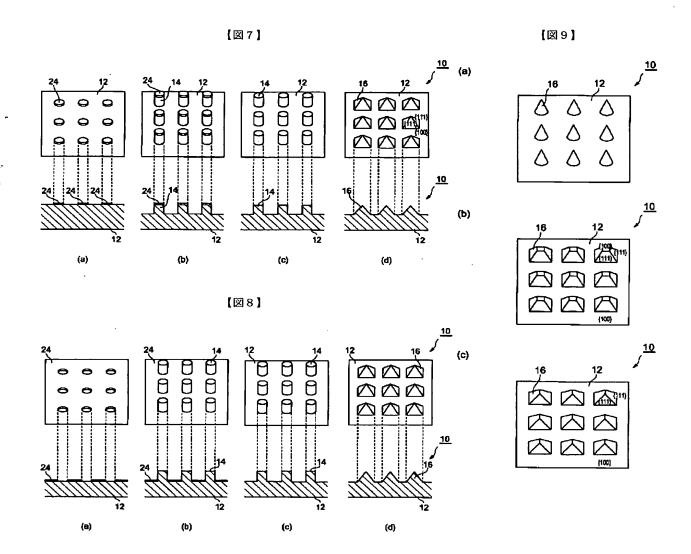






【図6】





フロントページの続き

F ターム(参考) 2H042 AA07 AA33 BA04 BA13 BA16 2K009 AA01 CC01 DD03 DD12 4G077 AA10 BA03 DB01 EE02 EE07 FG03 FG18 HA01 TC17